

Metode pengujian kadar fosfat - organik dalam air dengan alat kromatograf gas

DAFTAR RUJUKAN

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation,

1975 *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 14th edition, APHA, Washington D.C.

Departemen Pekerjaan Umum

1989 *Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air*. Nomor SK SNI-M-02-1989-F, Yayasan LPMB, Bandung.

DAFTAR ISI

	Halaman
Keputusan Menteri Pekerjaan Umum No.....	i
Daftar Isi	v
BAB I DESKRIPSI	1
1.1 Maksud dan Tujuan	1
1.1.1 Maksud	1
1.1.2 Tujuan	1
1.2 Ruang Lingkup	1
1.3 Pengertian	1
BAB II CARA PELAKSANAAN	2
2.1 Peralatan dan Bahan Penunjang Uji	2
2.1.1 Peralatan	2
2.1.2 Bahan Penunjang Uji.....	2
2.2 Persiapan Benda Uji.....	3
2.3 Persiapan Pengujian.....	3
2.3.1 Pembuatan Larutan Induk Pestisida	3
2.3.2 Pembuatan Larutan Baku....	4
2.3.3 Pembuatan Kromatogram Larutan Baku	4
2.4 Cara Uji	4
2.5 Perhitungan	5
2.6 Laporan	5
 Lampiran A : Daftar Nama dan Lembaga	 6
Lampiran B : Daftar Istilah	9
Lampiran C : Lain Lain	10

BAB I

DESKRIPSI

1.1 Maksud dan Tujuan

1.1.1 Maksud

Metode pengujian ini dimaksudkan sebagai pegangan dalam pelaksanaan pengujian kadar pestisida fosfat-organik (Diazinon, Dimethoate, Fosfamidon dan Fenitrothion) dalam air.

1.1.2 Tujuan

Tujuan metode pengujian ini untuk memperoleh kadar pestisida fosfat organik dalam air.

1.2 Ruang Lingkup

Lingkup pengujian meliputi :

- 1) cara pengujian kadar pestisida fosfat-organik yang terdapat dalam air antara 0,1 - 10 ng/L;
- 2) penggunaan metode kromatografi gas dengan alat kromatograf gas yang dilengkapi dengan detektor fotometrik nyala (DFN) pada filter optik 526 nm;
- 3) suhu katup penyuntikan 210 °C, kolom 200 °C dan detektor 185 °C.

1.3 Pengertian

Beberapa pengertian yang berkaitan dengan metode pengujian ini :

- 1) kromatogram adalah suatu grafik yang menyatakan hubungan tinggi puncak baku dengan waktu retensi;
- 2) larutan induk adalah larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah ;
- 3) larutan baku adalah larutan yang mengandung kadar yang sudah diketahui secara pasti dan langsung digunakan sebagai pembanding dalam pengujian.

BAB II

CARA PELAKSANAAN

2.1 Peralatan dan Bahan Penunjang Uji

2.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas :

- 1) kromatograf gas yang telah dikondisi atau dioptimisasikan pada saat digunakan dan dilengkapi dengan detektor yang sesuai untuk pengujian pestisida fosfat-organik;
- 2) penangas air yang dilengkapi dengan pengatur suhu;
- 3) corong pemisah 2000 mL terbuat dari gelas borosilikat;
- 4) gelas penguap Kuderna Danish 500 mL;
- 5) penyuntik mikro 1, 5, 10 dan 100 μ L;
- 6) pipet mikro 1, 5, 10 dan 100 mL;
- 7) labu ukur 100 mL;
- 8) tabung mikro 2,5 mL.

2.1.2 Bahan Penunjang Uji

Bahan kimia yang berkualitas p.a dan bahan lain yang digunakan dalam pengujian ini terdiri atas:

- 1) pestisida fosfat-organik;
- 2) serbuk natrium sulfat bebas air, Na_2SO_4 ;
- 3) heksana, C_6H_{14} ;
- 4) dietil eter, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OCC}_2\text{H}_5$;
- 5) etil asetat, $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$;
- 6) kolom yang perlu disediakan meliputi :
 - (1) 11 % (berat/berat) OV-17 dan QF-1 pada kromosob 0, 80 - 100 mesh;

- (2) 3,6 % (berat/berat) OV-101 dan 5,5 %
OV-210 pada kromosob W, 80-100 mesh.

7) gas yang perlu disediakan:

- (1) nitrogen;
- (2) hidrogen;
- (3) oksigen;
- (4) udara

2.2 Persiapan Benda Uji

Siapkan benda uji dengan tahapan sebagai berikut:

- 1) sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air, SK SNI M -02-1989-F;
- 2) ukur 1000 mL contoh uji secara duplo dan masukkan ke dalam corong pemisah 2000 mL;
- 3) tambahkan 25-50 mL dietil eter-heksana dan 100 g Na_2SO_4 ;
- 4) ekstraksi larutan selama 2 menit, biarkan terpisah dan pisahkan bagian dietil heksana;
- 5) lewatkan bagian dietil eter melalui kolom berdiameter luar 2 cm dengan ketinggian 8 sampai 10 cm yang berisi serbuk Na_2SO_4 dan tampung ke dalam labu penguap Kuderna-Danish;
- 6) ulangi ekstraksi larutan dengan menambahkan 50 mL dietil eter-heksana ke dalam contoh uji baru atau dari tahap 4) selama 2 menit dan pisahkan bagian dietil eter-heksana serta satukan ke dalam labu penguap Kuderna-Danish 5);
- 7) uapkan pelarut dietileter heksana di atas penangas air pada suhu 60 - 80° C sehingga volumenya ± 1 mL;
- 8) masukkan contoh uji ke dalam tabung mikro dan tepatkan volumenya menjadi 1,0 mL dengan penambahan pelarut dietil eter-heksana;
- 9) benda uji siap diuji.

2.3 Persiapan Pengujian

2.3.1 Pembuatan Larutan Induk Pestisida

Buat larutan induk pestisida fosfat-organik 1000 mg/L dengan tahapan sebagai berikut :

- 1) larutkan 100 mg pestisida dengan 10 mL etil asetat di dalam labu ukur 100 mL;
- 2) tambahkan etil asetat sampai tepat pada tanda tera.

2.3.2 Pembuatan Larutan Baku Pestisida

Buat larutan baku pestisida 1,0 ng/ μ L dengan tahapan sebagai berikut :

- 1) pipet 100 μ L larutan induk pestisida dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
- 2) tambahkan heksana sampai tepat pada tanda tera;
- 3) pipet 1 mL larutan baku tersebut dan masukkan ke dalam tabung mikro.

2.3.3 Pembuatan Kromatogram Larutan Baku

Buat kromatogram larutan baku dengan tahapan sebagai berikut :

- 1) suntikkan 1 μ L larutan baku ke dalam alat kromatograf gas melalui katup penyuntikan;
- 2) hitung tinggi puncak kromatogramnya.

2.4 Cara Uji

Uji kadar pestisida dengan tahapan sebagai berikut:

- 1) suntikkan 1 μ L benda uji ke dalam alat kromatograf gas melalui katup penyuntikan ;
- 2) Hitung tinggi puncak.

2.5 Perhitungan

Hitung kadar pestisida di dalam benda uji dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{ug/L} = \frac{A \times B \times C \times D}{E \times F \times G}$$

dengan penjelasan :

A = larutan baku pestisida (ng)
B = tinggi puncak benda uji (mm)
C = volume akhir ekstrak (uL)
D = faktor pengenceran
E = tinggi puncak larutan baku (mm)
F = volume ekstrak yang disuntikkan (uL)
G = volume contoh uji yang diekstrak (mL)

2.6 Laporan

Catat pada formulir kerja hal-hal sebagai berikut :

- 1) parameter yang diperiksa;
- 2) nama pemeriksa;
- 3) tanggal pemeriksaan;
- 4) nomor laboratorium;
- 5) data kromatogram larutan baku;
- 6) nomor contoh uji ;
- 7) lokasi pengambilan contoh uji;
- 8) waktu pengambilan contoh uji;
- 9) data kromatogram contoh uji pertama dan kedua;
- 10) kadar dalam benda uji.

LAMPIRAN A

DAFTAR NAMA DAN LEMBAGA

1) Pemrakarsa

Pusat Litbang Pengairan, Badan Litbang Pekerjaan Umum

2) Penyusun

N A M A	L E M B A G A
Drs. Ibrahim Sumanta	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Badruddin Mahbub, Dip. S.E.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Carlina Soetjiono, Dip. H.E.	Pusat Litbang Pengairan
Drs. Firdaus Achmad, Dip. C.E.S.	Pusat Litbang Pengairan
Dra. Armaita Sutriati	Pusat Litbang Pengairan
Moelyadi Moelyo, Dipl. Kim.	Pusat Litbang Pengairan
Santun Siregar, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Rt. Oyoh Supariah, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan

3) Susunan Panitia Tetap SKBI

JABATAN	EX-OFFICIO	N A M A
Ketua	Kepala Badan Litbang PU	Ir. Suryatin Sastromijoyo
Sekretaris	Sekretaris Badan Litbang PU	Dr. Ir. Bambang Soemitroadi
Anggota	Kepala Pusat Litbang Pengairan	Ir. Soelastri Djennoedin
Anggota	Kepala Pusat Litbang Jalan	Ir. Soedarmanto Darmonegoro
Anggota	Kepala Pusat Litbang Pemukiman	Ir. Sahat Mulia Ritonga
Anggota	Sekretaris Ditjen Air	Ir. Mamad Ismail
Anggota	Sekretaris Ditjen Bina Marga	Ir. Satrio
Anggota	Sekretaris Ditjen Cipta Karya	Ir. Soeratmo Notodipoero
Anggota	Kepala Biro Bina Sarana Perusahaan	Ir. Nuzwar Nurdin
Anggota	Kepala Biro Hukum	Ali Muhammad, S.H.

4) Susunan Panitia Kerja SKBI

JABATAN	N A M A	L E M B A G A
Ketua	Ir. Mamad Ismail	Set Ditjen Pengairan
Wakil Ketua	Ir. Hartono Pramudo, Dip. H.E.	Direktorat Sungai
Sekretaris	Ir. Soelastri Djennoedin	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Supardijono	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Carlina Soetjiono, Dip. H.E.	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Badruddin Mahbub, Dip. S.E.	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T.	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Ratna Hidayat	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Lia Taufik	Pusat Litbang Pemukiman
Anggota	Ir. W. Askinin Bamayi, M.Eng.	Dit. PLP. Ditjen Cipta Karya
Anggota	Drs. Tatang Priatna	Kanwil PU Propinsi Jawa Barat
Anggota	Ir. Sri Hudyastuti	Kantor Menteri KLH
Anggota	Ir. Henggar Hardiani	Balai Besar Selulosa
Anggota	Dr. Mustikahardi, M.Sc.	Institut Teknologi Bandung
Anggota	Ir. Inneke Setiabudiwati	PT. Indah Karya
Anggota	Ir. Sri Sudarsih	Perusahaan Daerah Air Minum, Jakarta
Anggota	Ir. Nurlaila Soedomo	INKINDO Jawa Barat
Anggota	Ir. Peter E. Hehanusa, M.Sc.	Asosiasi Sumberdaya Air Indonesia

5) Peserta Konsensus

N A M A	L E M B A G A
Ir. Soelastri Djennoedin	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Supardijono	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Carlina Soetjiono, Dip.H.E.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Ratna Hidayat	Pusat Litbang Pengairan
Drs. Tatang Priatna	Kanwil PU. Prop. Jawa- Barat
Dra. Mery Olovan Pasaribu	PDAM DKI Jakarta Raya
Ir. Ineke Setiabudiwati	PT. Indah Karya
Dr. Mustikahardi, M.Sc.	Institut Teknologi Bandung

N A M A	L E M B A G A
Dr. Ir. Kalimardin Algamar Ir. Henggar Hardiani Ir. W. Askinin Bamayi, M.Eng. Ir. Peter E. Hehanusa, M.Sc.	Institut Teknologi Bandung Balai Besar Selulosa Dit. PLP Ditjen Cipta Karya Asosiasi Sumberdaya Air Indonesia
Ir. Lia M.S. Drs. Tontowi, M.Sc. Drs. Firdaus Achmad Dra. Armaita Sutriati Rt. Oyoh Supariah, B.Sc. Jursal, B.Sc. Sukmawati Rahayu, B.Sc. Santun Siregar, B.Sc. Moelyadi Moelyo, Dip. Teks. Kuslan, B.Sc. Ir. Sarwan Epep Kosima, B.E. Edi Sugianto, B.E.	Pusat Litbang Pemukiman Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan

6. Peserta Pemutakhiran Konsep

N A M A	L E M B A G A
Ir. Suryatin Sastromijoyo Dr. Ir. Bambang Soemitroadi Ir. Soelastri Djennoedin Ir. Sahat Mulia Ritonga Drs. Eddy Sumardi Purwanto, S.H. Achwar Zein	Badan Litbang PU Set Badan Litbang PU Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pemukiman Pusat Litbang Jalan Ditjen Cipta Karya Biro Bina Sarana Peru- sahaan
Djoko Sulistyo, S.H. Drs. Muhd. Muhtadi Bambang Utoyo, S.H. Ir. Nasroen Rivai Ir. Supardijono Ir. Carlina Soetjiono, Dip.H.E. Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T. Ir. Ratna Hidayat Drs. Tontowi, M.Sc Sukmawati Rahayu, B.Sc. Ir. Boetje Sinay Ir. Lolly Martina Budiono	Biro Hukum Set Badan Litbang PU Pusat Litbang Pemukiman Pusat Litbang Pemukiman Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Set Badan Litbang PU Set Badan Litbang PU Set Badan Litbang PU

LAMPIRAN B

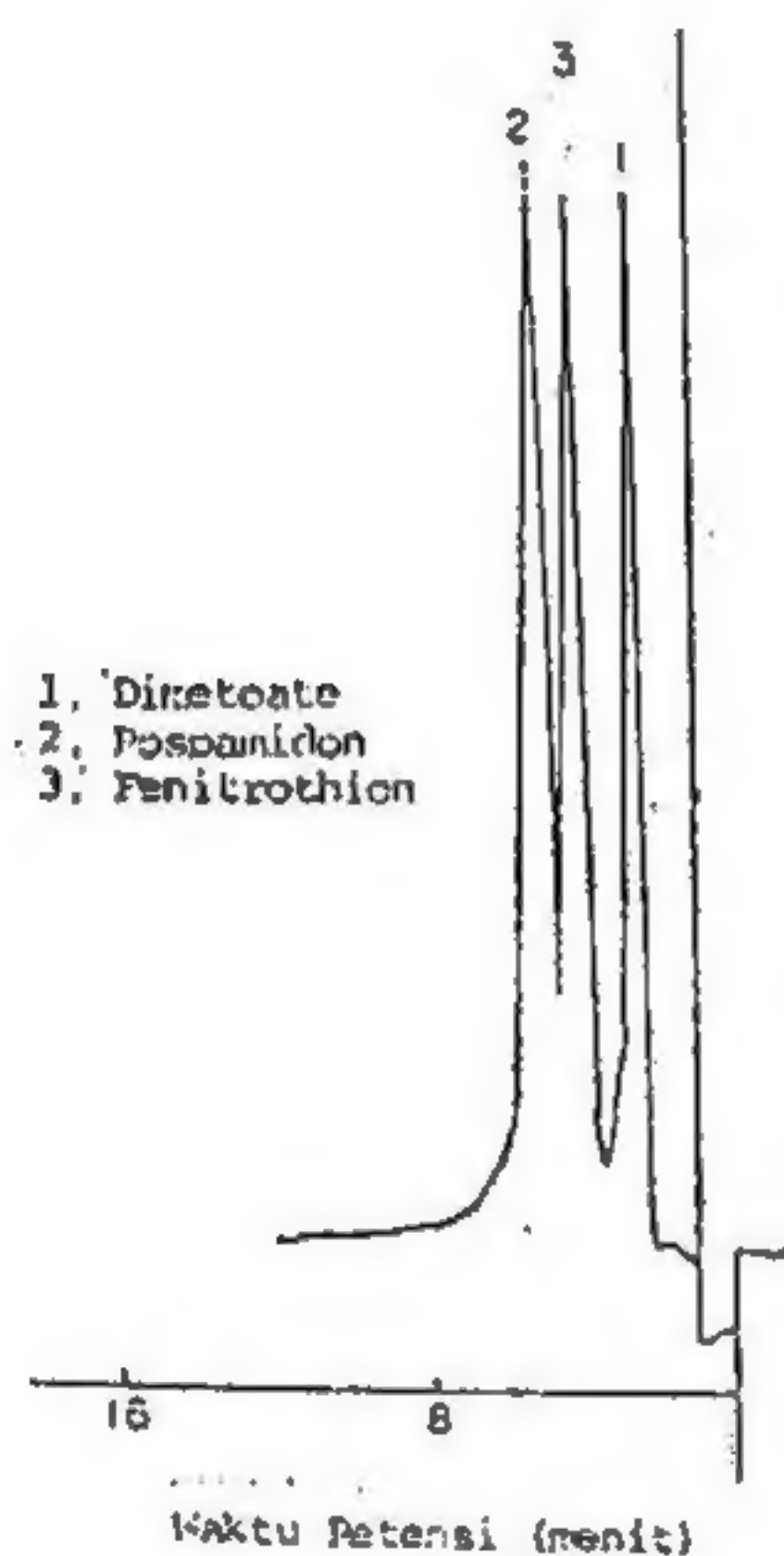
DAFTAR ISTILAH

larutan induk	: <i>stock solution</i>
larutan baku	: <i>standard solution</i>
p.a	: <i>pro analysis</i>
pereaksi	: <i>reagent</i>
Detektor Fotometrik Nyala (DFN)	: <i>Flame Photometric Detector (FPD)</i>
katup penyuntik	: <i>injection port</i>
pengatur suhu	: <i>thermostat</i>
penyuntik mikro	: <i>micro syringe</i>
tabung mikro	: <i>vial</i>

LAMPIRAN C
LAIN-LAIN
CONTOH FORMULIR KERJA

Parameter yang diperiksa : Pestisida fosfat organik
 Nama pemeriksa : Deddy Sujiarto
 Tanggal pemeriksaan : 19 April 1990
 Nomor Laboratorium : PKA/1990/20

Pembacaan tinggi puncak larutan baku
 Kadar larutan baku pestisida = 1 ng
 Pembacaan tinggi puncak larutan baku 1 = 5,2 mm
 Pembacaan tinggi puncak larutan baku 2 = 5,3 mm
 Pembacaan tinggi puncak larutan baku rata-rata = 5,25 mm



Tabel Hasil Uji Kadar pestisida Fosfor organik

No. Contoh	Lokasi Pengambilan Contoh	Waktu Pengambilan Contoh				Tinggi puncak		Kadar (ug/L pestisida)		
		Jam	Tgl	Bulan	Tahun	1	2	1	2	Rata-rata
1.	S.Cidanau-Peuser	09.30	16	04	1989	4,3	4,4	0,082	0,096	0,089
2.	S.Cidanau-Sd.Laya	11.00	17	04	1989	2,6	2,5	0,053	0,049	0,051
3.										
4.										
5.										

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id